

L12 ANSWER 1 OF 1 WPIX (C) 2002 THOMSON DERWENT

AN 1990-266072 [35] WPIX Full-text

DNC C1990-115202

TI Production of plastic open-cell foam e.g. polyethylene - by breaking of closed cells useful for sound absorbing material.

DC A17 A32 A88 J01

PA (SANS) SANWA KAKO CO

CYC 1

PI JP--02188233 A 19900724 (199035)\*

<--

ADT JP--02188233 A 1989JP-0008337 19890117

PRAI 1989JP-0008337 19890117

IC B29C-067-20; C08J-009-38

AB JP 02188233 A UPAB: 19930928 Production involves pressurising a plastic closed-cell foam with a gas or a liquid, keeping the pressurised state, and then releasing the pressure whereby the cell walls are broken to give an open-cell structure. The pressurising is pref. conducted above room temperature. As the resin for the plastic foam, high pressure process PE, linear low density PE, ethylene - vinylacetate copolymer etc. can be used. The closed-cell foam may be produced by using a crosslinking agent and a foaming agent. Water, N2 gas, etc. is supplied under pressure into a high pressure vessel in which a plastic closed-cell foam is placed. The pressure is pref. 5-300 atms. The pressurising temperature is pref. 50-200 deg.C. USE/ADVANTAGE - For plastic joint materials, filters, and sound absorbing materials. The reduction of the thickness of the foam is prevented. This method gives plastic foams with an open-cell ratio of 100%. 0/0

FS CPI

FA AB

MC CPI: A11-B06D; A12-S04A1; A12-S04B; J01-H

## ⑫ 公開特許公報(A) 平2-188233

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)7月24日

B 29 C 67/20  
C 08 J 9/38Q 8517-4F  
8517-4F

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

⑭ 発明の名称 プラスチック連続気泡体の製造方法

⑮ 特 願 平1-8337

⑯ 出 願 平1(1989)1月17日

⑰ 発 明 者 巻 本 彰 一 京都府京都市中京区西ノ京左馬寮町11

⑱ 出 願 人 三和化工株式会社 京都府久世郡久御山町大字下津屋小字下ノ浜代7番地

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

プラスチック連続気泡体の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

- (1) プラスチック独立気泡体を気体又は液体による加圧下で放置した後除圧することによって、気泡膜を破壊して連続気泡構造を得ることを特徴とするプラスチック連続気泡体の製造方法。

- (2) 加圧下が室温より高温である請求項1記載の方法。

## 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はプラスチック連続気泡体の製造方法に関する。

〔従来の技術〕

一般にプラスチックを基材として発泡させる独立気泡体を形成する。しかし、独立気泡体では、フィルター、塗布材、吸音材等の用途に

は不適当である。そこで、耐候性、耐薬品性等に優れているポリオレフィン発泡体等において、連続気泡体の製造方法が種々提案されている。

たとえば、澱粉などの水溶性粉末を樹脂に練和した後、該水溶性粉末を溶出除去する溶出法や、ポリオレフィン樹脂粉末を焼結する焼結法がある。

最近、通常の架橋ポリエチレンの独立気泡体を製造した後、これをロール間で圧縮する等の物理的手段で気泡膜を破壊する方法が提案されている(参照:特公昭59-23545号公報、特開昭56-146732号公報)。本出願人も特定の条件下で加熱発泡させた極薄気膜を有する気泡体を、ロール間で圧縮して気泡膜を破壊する方法を開発し、特許出願している(参照:特公昭62-19294号公報、特開昭56-121739号)。さらに、ロール間で圧縮する方法の改良として、穿孔針にて発泡体に多数の細孔を穿孔する方法が提案されている(参照:特開昭63-151435号公報)。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかし、前記の溶出法及び焼結法では発泡倍率2～3倍程度の極めて発泡倍率の低い気泡体しか得られない。

また、後者のロール間で圧縮する方法及び、穿孔針を使用する方法では、特定の狭い条件下で発泡させた気泡体でないと、連続気泡率100%又は100%に近い気泡体を得ることができない。しかも、圧縮後の回復率の良いエチレン-酢酸ビニル共重合体を基材とする気泡体であっても、厚みの回復率は80～90%しかなく、かつ圧縮後の表面が平滑にならない。そのため、材料効率が悪く、又金型の厚み設計が困難である。

本発明の目的は、上記の点に鑑みて、一般的な発泡条件で製造されたプラスチック発泡体を使用して、厚みを減らすことなく、容易、確実にプラスチック連続気泡体を製造できる方法を提供することにある。

低密度ポリエチレン、線状低密度ポリエチレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-ビニルエステル共重合体、エチレン-アクリル酸アルキル共重合体、エチレン- $\alpha$ -オレフィン系共重合体など、またはこれらの重合体、共重合体の二種以上の混合物を主体とする樹脂が用いられる。

これらの樹脂から従来公知の方法により独立気泡体が製造される。例えば、樹脂組成物を押出機中で加熱溶融させ、発泡剤を圧入、融解させ、常圧域に押出発泡させる方法、樹脂組成物に発泡剤を添加し、高温高压下又は常圧下で発泡剤を分解させるパッチ式発泡法、発泡剤を含有させた樹脂組成物を電子線又は化学架橋剤で架橋した後、常圧下で加熱発泡させる方法等、目的に応じて選択できる。これらの内、特に下記の様なポリオレフィンに関するパッチ式発泡法において、顕著な効果がある。

第一の方法は、ポリオレフィンに発泡剤及び架橋剤を練和した発泡性架橋性組成物を所望の

〔課題を解決するための手段〕

本発明のプラスチック連続気泡体の製造方法は、プラスチック独立気泡体を気体又は液体による加圧下で放置した後除圧することによって、気泡膜を破壊して連続気泡構造を得ることを特徴とする。即ち、気体又は液体による圧力をかけることによって、気泡を構成する格子と気泡膜の内、格子に負荷をかけることなく、格子に較べて樹脂の薄い気泡膜を破壊して連通化せしめるものである。

本発明において、プラスチック独立気泡体は、オレフィン系独立気泡体など、通常の発泡方法で独立気泡となるものをいう。

気泡体の基材となる樹脂は、プラスチックであれば、何でも適用できるが、回復性及び加工性の点から好ましくはポリオレフィン系樹脂、特に好ましくはエチレン系樹脂を使用すると、効果が顕著である。

エチレン系樹脂とは、エチレンを主成分とする重合体であり、高压法ポリエチレン、低压法

形状に整形した後、常圧下にて加熱して架橋剤及び発泡剤を同時進行的に分解させて気泡体を形成させる方法である。

第二の方法は、ポリオレフィンに発泡剤及び架橋剤を練和した発泡性架橋性組成物を加圧下にて架橋した後、常圧下にて加熱して発泡剤及び残存する架橋剤を分解させて気泡体を形成させる方法である。

これらの方法において、発泡助剤、架橋助剤、カーボンブラック等の充填剤を適宜添加できる。

このような方法によって得られた気泡体で、気泡径50 $\mu$ 以上が好ましく、100 $\mu$ 以上であれば特に好ましい。

この独立気泡体を気体又は液体による加圧下で放置する高压容器としては、例えば、配管用炭素鋼管の開口部を盲フランジで溶接又はボルト、ナットで閉じたものが使用できる。

この高压容器に気体又は液体の流路となる配管を設け、水圧器から水等の液体を送り加圧状態にする。又は、窒素等のガスポンペから気体

を圧入するか、もしくは、コンプレッサーによって、空気等を圧入することによって加圧状態にする。高压容器の安全面からは、液体が有利である。独立気泡体の気泡膜を連通化する圧力は、好ましくは5気圧以上、特に好ましくは10気圧以上である。圧力の上限は、作用面では制限されないが、経済性からは300気圧位までである。

加圧下の温度は、室温でも良いが、室温より高温が好ましく、50℃～200℃の温度に維持すれば、独立気泡体の樹脂が軟化して、より低い圧力で連通化することができる。

本発明の方法は、一回でも連続気泡率100%の気泡体を得ることができるが、二回以上繰り返すことによって、低い圧力で連通化することができる。

#### 〔作用〕

本発明のプラスチック連続気泡体の製造方法は、プラスチック独立気泡体を気体又は液体による加圧下で放置することによって、気泡を構

気泡体は、表皮付の厚みが約100mm、みかけ密度0.03g/ccで、表皮をスライスした後の内部の平均気泡径は約2mmで、連続気泡率は60%であった。

該気泡体から表皮を除去して、15×15×20mmの六面気泡体を裁断した。裁断した六面気泡体を内径26mm×高さ50mmの高压容器内に入れ、水を加えて満水とし密閉した。そして、水温25℃(常温)の水を水圧器によって高压容器内に圧入し、10気圧まで加圧し、5分間圧力を平衡にした。その後圧力を一気に解放して常圧にした。取り出した気泡体のサイズは、15×15×20mmで、処理前と変わらず、連続気泡率は100%であった。

なお、連続気泡率の測定は、Remington Pariser法によって行った。

#### 実施例2

エチレン-酢酸ビニル共重合体(商品名 ユカロンEVA-41H)100重量部、アゾジカルボンアミド17重量部、ステアリン酸亜鉛

成する格子と気泡膜の内、格子に負荷をかけることなく、格子に較べて樹脂の薄い気泡膜を破壊して連通化せしめるものである。

又、本発明の方法を加熱下で行えば、気泡膜が軟化し、連通化が容易になる。

#### 〔実施例〕

##### 実施例1

エチレン-酢酸ビニル共重合体(商品名 ユカロンEVA-41H、酢酸ビニル含有率16重量%、三菱油化株式会社製)100重量部、アゾジカルボンアミド17重量部、亜鉛華0.05重量部、ジクミルパーオキサイド0.8重量部からなる組成物を85℃のミキシングロールにて練和し、125℃に加熱されたプレス内の金型(340×170×2.9mm)に充填し、40分間加圧下で加熱し、整形品を取り出した。該整形品を開閉式の金型(1000×500×100mm)に入れ、ジャケット方式により、160℃の蒸気で130分間加熱して冷却後取り出し、極薄気膜を有する独立気泡体を得た。得られた

0.4重量部、ジクミルパーオキサイド0.7重量部からなる組成物を85℃のミキシングロールにて練和し、140℃に加熱されたプレス中の金型(340×170×2.9mm)に充填し、30分間加圧下で加熱し、整形品を取り出した。該整形品を開閉式の金型(1000×500×100mm)に入れ、ジャケット方式により、160℃の蒸気で130分間加熱して冷却後取り出し、極薄気膜を有する独立気泡体を得た。

得られた気泡体は、表皮付の厚みが約100mm、みかけ密度0.03g/cc、表皮をスライスした後の内部の平均気泡径は約0.5mm、連続気泡率は55%であった。

該気泡体から表皮を除去して、15×15×20mmの六面気泡体を裁断した。裁断した六面気泡体を実施例1と同じ高压容器に入れ、満水後密閉した。そして、水温25℃(常温)の水を水圧器によって高压容器内に圧入し、100気圧まで加圧し、5分間圧力を平衡にした。その後圧力を一気に解放して常圧にした。取り出

した気泡体のサイズは、 $15 \times 15 \times 20$  mmで、処理前と変わらず、連続気泡率は100%であった。

#### 実施例 3

実施例 2 と同じ六面気泡体  $15 \times 15 \times 20$  mm を実施例 1 と同じ高圧容器内に入れ、沸水後密閉した。そして、水温  $25^\circ\text{C}$  (常温) の水を水圧器によって高圧容器内に圧入し、50 気圧まで加圧し、5 分間圧力を平衡にした後、圧力を一気に常圧まで解放した。常圧下にて 1 分間放置後、再度 50 気圧まで加圧し、5 分間圧力を平衡にした後、圧力を一気に常圧まで解放した。この加圧、減圧のサイクルを計 5 回繰り返した。

その結果、得られた気泡体のサイズは、 $15 \times 15 \times 20$  mm であり処理前と変わらず、連続気泡率は 100% であった。

#### 実施例 4

エチレン-酢酸ビニル共重合体 (商品名 ユカロン EVA-41H、酢酸ビニル含有率 16

により、 $120^\circ\text{C}$  の蒸気で加熱し、高圧容器内の水温を  $80^\circ\text{C}$  に上げた。ついで、エアーコンプレッサーで 8 気圧まで加圧し、水温が  $80^\circ\text{C}$  を維持するように蒸気で加熱しながら、30 分間圧力を保持した後、圧力を一気に常圧まで解放した。

取り出した気泡体のサイズは、 $150 \times 150 \times 250$  mm で処理前と変わらず、連続気泡率は 100% であった。

#### 実施例 5

低密度ポリエチレン (商品名 ユカロン HE-30、密度 0.920、メルトフローレート 0.3、三菱油化株式会社製) 100 重量部、ファース系カーボンブラック (商品名 ケッチェンブラック EC、ケッチェン・ブラックインターナショナル製) 13 重量部、アゾジカルボンアミド 14 重量部、亜鉛華 0.15 重量部、ジクミルパーオキサイド 1.0 重量部からなる組成物を  $120^\circ\text{C}$  のミキシングロールにて練和し、 $130^\circ\text{C}$  に加熱されたプレス内の金型 ( $150$

重量部、三菱油化株式会社製) 100 重量部、アゾジカルボンアミド 17 重量部、亜鉛華 0.05 重量部、ジクミルパーオキサイド 0.7 重量部からなる組成物を  $85^\circ\text{C}$  のミキシングロールにて練和し、 $125^\circ\text{C}$  に加熱されたプレス内の金型 ( $340 \times 170 \times 29$  mm) に充填し、30 分間加圧下で加熱し、整形品を取り出した。該整形品を開閉式の金型 ( $1000 \times 500 \times 100$  mm) に入れ、ジャケット方式により、 $160^\circ\text{C}$  の蒸気で 130 分間加熱して冷却後取り出し、極薄気膜を有する独立気泡体を得た。得られた気泡体は、表皮付の厚みが約 100  $\mu$ 、みかけ密度  $0.03 \text{ g/cm}^3$  で、表皮をスライスした後の内部の平均気泡径は約 1 mm で、連続気泡率は 60% であった。

該気泡体から表皮を除去して、 $150 \times 150 \times 250$  mm の六面気泡体を裁断した。裁断した六面気泡体を内径 300 mm  $\times$  長さ 1000 mm の高圧容器内に入れ、高圧容器内に半分水を加えて密閉した。密閉後高圧容器をジャケット方式

$\times 150 \times 18$  mm) に練和物を充填し、30 分間加圧下で加熱し、架橋した発泡性シートを得た。

次いで、この発泡性シートを開閉式の金型 ( $390 \times 390 \times 50$  mm) に入れ、ジャケット方式により、 $160^\circ\text{C}$  の蒸気で 150 分間加熱して冷却後取り出し、独立気泡体を得た。得られた独立気泡体は、表皮付の厚みが約 90  $\mu$ 、みかけ密度  $0.045 \text{ g/cm}^3$ 、連続気泡率 53% 表面抵抗値は  $1 \times 10^8 \Omega$  で、表皮をスライスした後の内部の平均気泡径は約 200  $\mu$  であった。

該気泡体から表皮を除去して、 $150 \times 150 \times 250$  mm の六面気泡体を裁断し、実施例 4 と同じ高圧容器内に入れ、高圧容器内に半分水を加えて密閉した。密閉後高圧容器をジャケット方式により、 $120^\circ\text{C}$  の蒸気で加熱し、高圧容器内の水温を  $90^\circ\text{C}$  に上げた。ついで、エアーコンプレッサーで 8 気圧まで加圧し、水温が  $90^\circ\text{C}$  を維持するように蒸気で加熱しながら、30 分間圧力を保持した後、圧力を一気に常圧

まで解放した。

取り出した気泡体のサイズは、 $150 \times 150 \times 250$  mmで処理前と変わらず、連続気泡率は100%であり、表面抵抗値に変化はなかった。

〔発明の効果〕

以上のように、本発明のプラスチック連続気泡体の製造方法は、気泡の格子に負荷をかけることなく気泡膜を連通化せしめるので、気泡体の厚みが減少しない。又、一般的な独立気泡体から連続気泡率100%の気泡体を確実を得ることができる。

したがって、本発明の方法によって得られる連続気泡体は、目地材、フィルター、吸音材として好適に利用される。

特許出願人 三和化工株式会社  
代表者 吉田 巖